

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PTO 01-3599

Japanese Kokai Patent Application
No. Hei 1[1989]-233131

AQ

MICROEMULSIONS

Masaaki Yu, et al.

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE
WASHINGTON, D.C. JULY 2001
TRANSLATED BY THE RALPH MCELROY TRANSLATION COMPANY

JAPANESE PATENT OFFICE
PATENT JOURNAL (A)
KOKAI PATENT APPLICATION NO. HEI 1[1989]-293131

Int. Cl. ⁴ :	B 01 J 13/00
	A 61 K 7/00
	7/06
	7/075
	7/08
	7/50
	C 08 L 83/04

Sequence Nos. for Office Use:	A-8317-4G
	N-7306-4C
	8213-4C
	6971-4C
	6609-4J

Filing No.:	Sho 63[1988]-120369
-------------	---------------------

Filing Date:	May 17, 1988
--------------	--------------

Publication Date:	November 27, 1989
-------------------	-------------------

No. of Claims:	1 (Total of 6 pages)
----------------	----------------------

Examination Request:	Not filed
----------------------	-----------

MICROEMULSIONS

[Maikuroemarushion]

Inventor:	Masaaki Yu, et al.
-----------	--------------------

Applicant:	Shiseido Co., Ltd.
------------	--------------------

Claim

Microemulsions, characterized in that the microemulsions contain at least (1) hydrophilic surfactants, (2) silicone oil containing at least 0.5 wt% of one or more of silicones with silicon number of 12 or higher, (3) one or more of water-soluble monohydric alcohol, water-soluble polyhydric alcohol, water-soluble polysaccharide, and (4) water, the weight ratio of the

hydrophilic surfactants to the oil ingredients is 1:0.5-1:10, and the average particle diameter is 0.01-0.1 μ m.

Detailed explanation of the invention

Industrial application field

The present invention relates to stable microemulsions obtained by mixing silicone oils using hydrophilic surfactants that are used for, e.g., cosmetics, toiletries, household products, pharmaceuticals, etc.

Prior art

The known microemulsions are those reviewed below. These are obtained by one method using ordinary nonionic surfactants and oils, by a second method, combining anionic surfactants and cosurfactants, and in a third method, combining anionic surfactants with nonionic surfactants or electrolytes.

In the first method, when a hydrocarbon such as cyclohexane, n-heptane, etc., is added to an aqueous solution of a nonionic surfactant such as iso-R₉C₆H₄O(CH₂CH₂)₉H, etc., and the temperature is raised to a region in which the solubilization quantity of the hydrocarbon (oil) suddenly increases, at just this side of the cloud point of the nonionic surfactant (Solution and Solubility, by Keizo Shinoda, 209-225, Maruzen Press) it is known that in the Iw region from the solubilization limiting temperature to the cloud point shown in the phase diagram, the solubility of oil in the aqueous solution dramatically increases, and a so-called microemulsion forms.

In the second method, an anionic surfactant is combined with a cosurfactant such as pentanol, hexanol, octanol, etc. to make a hydrophilic-lipophilic balance of the system, and it is intended to utilize the region wherein the solubilization quality of the hydrocarbon (oil) suddenly increases within the extremely narrow range of ratios of the hydrophilic-lipophilic balance. In the third method, an electrolyte is added to a combination of a lipophilic nonionic surfactant with a specific surfactant or an ionic surfactant to obtain a composition, and it is intended to utilize the region wherein the solubilization quantity of the hydrocarbon (oil) suddenly increases within the extremely narrow range of ratios of the hydrophilic-lipophilic balance of the system in the composition (Keizo Shinoda, Hiroyuki Nishijo, 308-314, 35, 1986, Kokai Patent Application No. Sho 58[1983]-128311, Kokai Patent Application No. Sho 58[1983]-131127).

However, microemulsions of silicone oils cannot be obtained by any method mentioned above.

[Numbers in the margin indicate pagination in the original text.]

Problem to be solved by the invention

However, the characteristic of microemulsions, that is, homogeneous dissolution of a large quantity of silicone oils using a small quantity of surfactants, is extremely useful and the completion of microemulsions, which themselves have high stability and can be stably stored even when the microemulsions are added to other aqueous formulations, has been a task of researchers.

The present researchers assiduously studied obtaining a microemulsion that would itself have high stability and could be stably stored even when the microemulsion is added to other aqueous formulations; as a result, it was discovered that a microemulsion having a small emulsified particle diameter is stable over an extremely wide temperature range, can contain a large quantity of silicone oils and that it can be easily obtained by emulsification of a system containing at least an ordinary hydrophilic surfactant, silicone oil containing at least 0.5 wt% by of one or more silicones with silicon number of 12 or higher, one or more water-soluble monohydric alcohol, polyhydric alcohol and saccharides, and water. The present invention was completed based on this discovery.

Means to solve the problem

The present invention is a group of microemulsions, characterized in that they contain at least (1) hydrophilic surfactants, (2) silicone oil containing at least 0.5 wt% of one or more of silicones with silicon number of 12 or higher, (3) one or more water-soluble monohydric alcohol, water-soluble polyhydric alcohol, and water-soluble polysaccharide, and (4) water, and the weight ratio of the hydrophilic surfactants to the oil ingredients is 1:0.5-1:10, and the average particle diameter is 0.01-0.1 μm .

The average particle diameter used here was determined by the dynamic light scattering method, concretely measured by the NICOMP-270 (HIAC/ROYCO Co.).

Hereinafter, the constitution of the present invention is explained in detail.

As the surfactants to be used in the present invention, HLB must be hydrophilic since it is necessary to obtain oil-in-water microemulsions; with this requirement met, ordinary ionic and nonionic surfactants can be used.

As concrete examples of nonionic surfactants, there are polyoxyethylene (hereinafter called as POE) sorbitan fatty acid esters, e.g., POE sorbitan monooleate, POE sorbitan monostearate, POE sorbitan trioleate, etc.; POE sorbit fatty acid esters, e.g., POE sorbit monooleate, POE sorbit monostearate, etc.; POE Sorbit pentaoleate, POE glycerin fatty acid esters, e.g., POE glycerin monostearate, POE glycerin triisostearate, POE glycerin isostearate, etc.; POE fatty acid esters, e.g., POE monoleate, POE distearate, POE dioleate, etc.; POE alkyl ethers, e.g., POE oleyl ether, POE stearyl ether, POE behenyl ether, POE 2-octyldodecyl ether,

POE 2-hexyldecyl ether, POE 2-heptyl undecyl ether, POE 2-decyltetradecyl ether, POE 2-decylpentadecyl ether, POE colestanol ether, etc.; POE alkylphenyl ethers, e.g., POE nonylphenyl ether, etc.; POE.POP

/3

block copolymers; POE.POP alkyl ethers, e.g., POE.POP cetyl ether, POE.POP 2-decyltetradecyl ether, POE.POP hydrated lanolin, etc.; POE castor oil or hardened castor oil derivatives, e.g. POE castor oil, etc.; POE beeswax-lanolin derivatives, e.g., POE sorbit beeswax, etc.; sugar esters, e.g., sucrose oleic acid monoester, etc.; polyglycerin monoalkyl ester and monoalkyl ethers; polyether-modified silicone surfactants, etc. As concrete examples of anionic surfactants, there are fatty acid soaps such as sodium laurate, potassium palmitate, etc., higher alkyl sulfuric ester salts such as sodium lauryl sulfate, potassium lauryl sulfate, etc., alkyl ether sulfuric acid ester salts such as polyoxyethyelne (hereinafter called as POE) lauryl sulfuric acid triethanolamine, etc., N-acylsarcosinic acids such as sodium lauroylsarcosinate, etc., higher fatty acid amidosulfonates such as sodium N-myristoyl-N-methyltaurine, etc., phosphoric acid ester salts such as sodium POE oleyl ether phosphate, POE stearyl ether phosphoric acid, etc., sulfosuccinic acid salts such as sodium di-2-ethylhexylsulfosuccinate, etc., alkylbenzenesulfonates such as sodium linear dodecylbenzenesulfonate, linear dodecylbenzenesulfonic acid triethanolamine, linear dodecylbenzenesulfonic acid, etc., and N-acylglutamic acid salts such as monosodium N-lauroyl glutamate, N-disodium N-stearoyl glutamate, monosodium N-myristearyl-L-glutamate, etc.

Examples of cationic surfactants are alkyltrimethyl ammonium salts such as stearyltrimethylammonium chloride, lauryltrimethylammonium chloride, etc., dialkyldimethylammonium salt, alkyl tertiary ammonium salt, and alkylamine salt, etc.

Examples of amphoteric surfactants are imidazoline type amphoteric surfactants such as 2-undecyl-N,N,N-(hydroxyethylcarboxymethyl)-2-imidazoline sodium salt, 2-cocoyl-2-imidazolinium hydroxide-1-carboxyethoxy disodium salt, etc., betaine type surfactants such as 2-heptadecyl-N-carboxymethyl-N-hydroxyethylimidazolinium betaine, lauryldimethylaminoacetic acid betaine, alkyl betaine, amidobetaine, sulfobetaine, etc., and amino acid salts such as N-lauryl β -alanine, N-stearyl β -alanine, etc. These surfactants are used singly or in combinations of two or more.

To obtain satisfactory microemulsions by the present invention, water-soluble polyether-modified silicon surfactants having silicone as a hydrophobic group are preferred. When the hydrophobic group is hydrocarbon, surfactants having hydrocarbons with carbon number 12 or higher are preferred, and those with carbon number 16 or higher are more preferred. To improve the stability at low temperature, those having a graft point of normal temperature or lower, preferably 0°C or lower, are good.

Silicones to be used in the present invention are water insoluble, specifically dimethylpolysiloxane oils, cyclic dimethylpolysiloxane oils, methylphenylpolysiloxane oils, amino-modified silicone oils, epoxy-modified silicone oils, epoxy polyether-modified silicone oils, carboxyl-modified silicone oils, alcohol-modified silicone oils, alkyl-modified silicone oils, polyether-modified silicone oils, fluorine-modified silicone oils, and macromolecular dimethylsiloxanes, etc. Silicones to be used in the present invention are silicone oils that contain at least 0.5 wt% by weight of one or more silicones having a silicon number of 12 or higher.

According to the discovery of the present inventors, a stable microemulsion can be obtained by adding 1% dimethylpolysiloxane with a viscosity of 100 cps to cyclic dimethylpolysiloxane with polymerization degree of 5, and from which it was difficult [in the past] to obtain a stable microemulsion. It was discovered that stable microemulsions can be obtained even from silicone oils that do not contain 0.5 wt% by weight of silicones having silicon number 12 or higher, by adding 0.5% or more of silicones having silicon number of 12 or higher. /4

As the water-soluble alcohol, polyhydric alcohol, and saccharides to be used in the present invention, those ordinarily used are satisfactory, and as concrete examples, methanol, ethanol, propanol, isopropanol, butanol, propylene glycol, 1,3-butylene glycol, 1,4-butylene glycol, glycerin, diethylene glycol, dipropylene glycol, polypropylene glycol, tetraethylene glycol, diglycerin, polyethylene glycol, polyglycerin, sorbitol, maltitol, maltitriose, mannitol, maltose, sucrose, etc. These are used singly or in combinations of two or more.

The microemulsions of the present invention contain 0.1-30% surfactants, 0.1-60% silicones, 10-98% water and 1-90% monohydric alcohol, polyhydric alcohol, and/or saccharide. Further, the ratio of the surfactant to the oil ingredients is 1:0.5-1:10, and the emulsified particle size is 0.01-0.1 μ m.

The microemulsions can be prepared using an emulsifying machine giving strong shear stress; for instance, high pressure homogenizer or ultrasound emulsifying machine, etc., and the emulsification is carried out at a ratio of monohydric alcohol, polyhydric alcohol and/or saccharide to water of 1:5-19:1. When particles with 0.05 μ m or smaller size are prepared, the emulsification has a ratio of monohydric alcohol, polyhydric alcohol and/or saccharide to water of 1:4-8:2. Those microemulsions may be diluted with water if necessary, or mixed with water base products. It is desirable to use a high-pressure homogenizer, and it is preferred to emulsify at a temperature of 50°C or lower under a pressure of 300 atm or higher when particles of 0.05 μ m are desired.

Products made with the microemulsions of the present invention may additionally include perfume, pigment, buffer agent, salt, fade resistants, preservative, oxidation-resistant perfume,

coloring agent and other powders, pharmaceuticals, thickening agent, UV absorbent, other oil, surfactant, activity aid, etc.

Application examples

Next, the microemulsions of the present invention are explained in detail by application examples and comparative examples, but the present invention is not limited to those.

Application Example 1 Furniture polishing agent

Dimethyl silicone (5000 cps)	10.0	parts by weight
Illuminating kerosene	20.0	
Preservative		proper quantity
Ammonium oleate	3.0	
Water	25.0	
Isopropyl alcohol	5.0	
Water	40.0	

The first three items were mixed and dissolved at 70°C while the succeeding three were mixed and dissolved by heating at 70°C. The former was added to the latter under stirring and pre-emulsified. It was then emulsified at a pressure of 200 atm and 60°C using a high-pressure homogenizer and the last addition of water was made to obtain a transparent microemulsion.

The average particle diameter of oil droplets of the microemulsion was measured by the dynamic light scattering method. It was 0.08 µm. The emulsion remained stable over one year, and no separation occurred at all.

Application Example 2 Beauty wash

Dimethyl silicone (20 cps)	0.5	parts by weight
Isopropyl myristate	0.5	
Preservative		proper amount
Perfume		proper amount
HCO-60 (Nikko Chemicals Co.)	1.5	
Water	0.5	
Glycerin	2.5	
Water	89.59	
Ethanol	5.0	

The first four items were mixed and dissolved at 70°C while the succeeding three were mixed and dissolved by heating at 70°C. The former was added to the latter under stirring and pre-emulsified. It was then emulsified at a pressure of 500 atm and 30°C using a high-pressure

homogenizer and aqueous ethanol solution of the last two items was added to obtain a transparent microemulsion. The average particle diameter of oil droplets of the beauty wash was measured by the dynamic light scattering method. It was 0.02 μm . This beauty wash was extremely stable and it gave a particularly refreshing feeling on application.

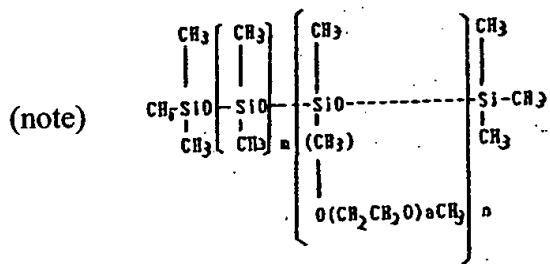
Application Example 3 Transparent hair rinse

Cyclic dimethylsilicone (degree of polymerization 5)	40.0 parts by weight
Macromolecular dimethylsilicone	2.0
Preservative	proper amount
Perfume	preferred amount
Cetyl trimethylammonium bromide	6.0
Water	30.0
Glycerin	28.0

The first four items were mixed and dissolved at 70°C while the succeeding three were mixed and dissolved by heating at 70°C. The former was added to the latter under stirring and pre-emulsified. It was then emulsified at a pressure of 500 atm and 30°C using a high-pressure homogenizer to obtain a microemulsion. The average particle diameter of oil droplets of the hair rinse was measured by the dynamic light scattering method. It was 0.08 μm . The rinse was extremely stable and provided a satisfactory feeling on application.

Application Example 4 Shampoo

Dimethyl silicone (100 cps)	40.0 parts by weight
Polyether-modified silicone activating agent (note)	15.0
Water	15.0
Propylene alcohol	30.0



The first item was heated to 50°C while 2)-4) were mixed and dissolved by heating at 50°C. The former was added to the latter under stirring and pre-emulsified. It was then emulsified at a pressure of 800 atm and 30°C using a high-pressure homogenizer to obtain a transparent emulsion.

The average particle diameter of oil droplets of the microemulsion was measured by the dynamic light scattering method. It was 0.05 μm .

5 parts of the microemulsion were mixed with 95 parts shampoo base described below to obtain a shampoo.

Shampoo base

Polyoxyethylene	(average 1.0)	
Na lauryl sulfate	8.0	
Polyoxyethylene	(average 2.0)	
Na lauryl sulfate	5.0	
Lauryldimethylaminoacetic acid betaine	1.5	/6
Coco fatty acid diethanol amide	4.0	
Preservative	proper amount	
Perfume	proper amount	
Pigment	proper amount	
Water	balance	

This shampoo was stable over one year, and no separation occurred at all. Further, an application test was conducted by comparing it with the shampoo base not containing the microemulsion. Twenty of twenty panels selected the [microemulsion] shampoo, which was superior in gentleness in washing and combing.

Effect of the invention

As explained above, the present invention relates to microemulsions comprising hydrophilic surfactants and monohydric alcohol, polyhydric alcohol, and/or saccharides that have high practicality in stability, safety, and functionality. Because of these merits, the present invention can be used for water base products such as hair tonic, hair lotion, after-shave, shampoo, rinse, lotion, body lotion, hair oil, emollient oil, beauty wash, aerosol products, deodorant, liquid agents for pharmaceuticals, bathing agents, etc.

⑯ 公開特許公報 (A)

平1-293131

⑤Int.Cl.*

B 01 J 13/00
 A 61 K 7/00
 7/06
 7/075
 7/08
 7/50
 C 08 L 83/04

識別記号

L R R

庁内整理番号

A-8317-4G
 N-7306-4C
 8213-4C
 6971-4C
 6609-4J審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑬公開 平成1年(1989)11月27日

④発明の名称 マイクロエマルション

②特 願 昭63-120369

②出 願 昭63(1988)5月17日

⑦発明者 友 政 哲 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

⑦発明者 河 内 み ゆ き 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

⑦発明者 中 島 英 夫 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

⑦出願人 株式会社 資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号

明細書

1. 発明の名称

マイクロエマルション

2. 特許請求の範囲

1. ①親水性の界面活性剤と、

②ケイ素の数が12以上のシリコーンの1種または2種以上を少なくとも0.5重量%以上含有するシリコーン油と、

③水溶性の一価アルコール、水溶性の多価アルコールおよび水溶性の糖類の一種または二種以上と、

④水とを少なくとも含有し、

親水性の界面活性剤と油成分の重量比が1:0.5~1:10であり、平均粒子径が0.01~0.1μmであることを特徴とするマイクロエマルション。

3. 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明は、親水性界面活性剤を用いてなるシリコーン油を配合した安定なマイクロエマルションに

関するものであり、例えば化粧料、トイレタリー、ハウスホールド、医薬品などの分野に利用される。

【従来の技術】

従来、知られているマイクロエマルションは、つぎのようなものである。即ち、第1は通常の非イオン性界面活性剤と油を用いて得られるもの、第2はアニオン性界面活性剤とコサーファクタントとを組合せたもの、第3はアニオン性界面活性剤と、非イオン性界面活性剤あるいは電解質を組合せて用いたものである。

第1は、 $\text{iso-R}_9\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_9\text{H}$ などの非イオン性界面活性剤の水溶液に、シクロヘキサン、n-ヘプタンなどの炭化水素を加え、温度を上げていくと、非イオン性界面活性剤の疊点の手前で、炭化水素(油)の可溶化量が急激に増大する領域が現れるというものである(篠田耕三、209~225、溶液と溶解度、丸善)。相図に示される可溶化限界温度から疊点までのIw領域では、水相中への油の溶解度が劇的に増大し、いわゆるマイクロエマルションを形成していること

が知られている。

第2は、アニオン性界面活性剤と、ペンタノール、ヘキサノール、オクタノール等のコサーファクタントを組合せて系の親水-親油バランスをつりあわせ、その非常に狭い比率の範囲で、炭化水素(油)の可溶化量が急激に増大する領域を利用しようとするものである。第3は、親油性非イオン性界面活性剤と特定のアニオン性界面活性剤、あるいは親油性非イオン性界面活性剤とイオン性界面活性剤の組合せに電解質を加えて、その組成の中から系の親水-親油バランスがつりあつた非常に狭い比率の範囲で、炭化水素(油)の可溶化量が急激に増大する領域を利用しようとするものである(篠田耕三、西條宏之、308-314、35、1986、特開昭58-128311、特開昭58-131127)。

しかしながら、ここに挙げた何れの方法においてもシリコーン油のマイクロエマルションを得ることはできない。

[発明が解決しようとする課題]

ある。

[課題を解決するための手段]

すなわち、本発明は、①親水性の界面活性剤と、②ケイ素の数が12以上のシリコーンの1種または2種以上を少なくとも0.5重量%以上含有するシリコーン油と、③水溶性の一価アルコール、水溶性の多価アルコールおよび水溶性の糖類の一種または二種以上と、④水とを少なくとも含有し、親水性の界面活性剤と油成分の重量比が1:0.5~1:10であり、平均粒子径が0.01~0.1μmであることを特徴とするマイクロエマルションである。

なお、ここで用いられる平均粒子径は、全て動的光散乱法により測定されたものであり、具体的にはN I C O M P - 2 7 0 (H I A C / R O Y C O 社製)によって測定したものである。

以下、本発明の構成について詳述する。

本発明において用いられる界面活性剤としては、水中油型のマイクロエマルションを得る必要から、

しかし、少ない界面活性剤量で、多くのシリコーン油を均一に溶解し得るマイクロエマルションの特性は大変有用であり、それ自体が安定性が高く、また他の水性系处方に添加しても安定に存在するマイクロエマルションの完成は研究者の課題とされていた。

かかる現状に鑑み、本研究者らは、それ自体が安定性が高く、また他の水性系处方に添加しても安定に存在するマイクロエマルションを得るべく鋭意研究を行った結果、通常用いられる親水性の界面活性剤とケイ素の数が12以上のシリコーンの1種または2種以上を少なくとも0.5重量%以上含有するシリコーン油と水溶性の一価アルコール、多価アルコールおよび、または糖類の一種または二種以上と水とを少なくとも含有する系を乳化することにより、驚くべきことに、乳化粒子径が小さくかつ非常に広い温度範囲に渡って安定であり、多量のシリコーン油を含有することが可能なマイクロエマルションを容易に得られることを見出し、望むべき本発明を完成するに至ったので

H L Bは親水性でなければならないが、それ以外は通常の非イオン性界面活性剤やイオン性界面活性剤を用いることができる。

具体的に例を挙げると、非イオン性界面活性剤としてはポリオキシエチレン(以下、P O Eという)ソルビタンモノオレエート、P O Eソルビタンモノステアレート、P O Eソルビタントリオレエート等のP O Eソルビタン脂肪酸エステル類、P O Eソルビットモノオレエート、P O Eソルビットベンタオレエート、P O Eソルビットモノステアレート等のP O Eソルビット脂肪酸エステル類、P O Eグリセリンモノステアレート、P O Eグリセリンモノイソステアレート、P O Eグリセリントリイソステアレート等のP O Eグリセリン脂肪酸エステル類、P O Eモノオレエート、P O Eジステアレート、P O Eジオレエート等のP O E脂肪酸エステル類、P O Eオレイルエーテル、P O Eステアリルエーテル、P O Eベヘニルエーテル、P O E 2-オクチルドデシルエーテル、P O E 2-ヘキシルデシルエーテル、P O E 2-ヘア

チルウンテシリエーテル、POE2-デシリテトラデシリエーテル、POE2-デシリベンタデシリエーテル、POEコレスタノールエーテル等のPOEアルキルエーテル類、POEノニルフェニルエーテル等のPOEアルキルフェニルエーテル類、POE・POPプロックコポリマー類、POE・POPセチルエーテル、POE・POP2-デシリテトラデシリエーテル、POE・POP水添ラノリン等のPOE・POPアルキルエーテル類、POEヒマシ油等のPOEヒマシ油または硬化ヒマシ油誘導体、POEソルビットミツロウ等のPOEミツロウ・ラノリン誘導体、ショ糖オレイン酸モノエステル等のシュガーエステル類、ポリケリセリンモノアルキルエステルおよびモノアルキルエーテル類、ポリエーテル変性シリコーン界面活性剤類等が挙げられる。陰イオン性界面活性剤としては、例えば、ラウリン酸ナトリウム、パルミチン酸カリウム等の脂肪酸セッケン、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸カリウム等の高級アルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレ

ン(以下、POEという)ラウリル硫酸トリエタノールアミン等のアルキルエーテル硫酸エステル塩、ラウロイルサルコシンナトリウム等のN-アシルサルコシン酸、N-ミリストイル-N-メチルタウリンナトリウム等の高級脂肪酸アミドスルホン酸塩、POEオレイルエーテルリン酸ナトリウム、POEステアリルエーテルリン酸等のリン酸エステル塩、ジ-2-エチルヘキシルスルホコハク酸ナトリウム等のスルホコハク酸塩、リニアドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、リニアドデシルベンゼンスルホン酸トリエタノールアミン、リニアドデシルベンゼンスルホン酸等のアルキルベンゼンスルホン酸塩、N-ラウロイルグルタミン酸モノナトリウム、N-ステアロイルグルタミン酸ジナトリウム、N-ミリストイル-L-グルタミン酸モノナトリウム等のN-アシルグルタミン酸塩等があげられる。

陽イオン性界面活性剤としては、例えば、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム等のアルキルトリメチ

ルアンモニウム塩、ジアルキルジメチルアンモニウム塩、アルキル四級アンモニウム塩、アルキルアミン塩等が挙げられる。

両性界面活性剤としては、例えば、2-ウンデシリ-N, N, N-(ヒドロキシエチルカルボキシメチル)-2-イミダゾリンナトリウム、2-ココイル-2-イミタゾリニウムヒドロキサイド-1-カルボキシエチロキシ2ナトリウム等のイミダゾリン系両性界面活性剤、2-ヘプタデシリ-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、アルキルベタイン、アミドベタイン、スルホベタイン等のベタイン系界面活性剤、N-ラウリルβ-アラニン、N-ステアリルβ-アラニン等のアミノ酸塩等が挙げられる。これら親水性界面活性剤の1種または2種以上の組合せにおいて用いられる。

なお、本発明による良好なマイクロエマルションを得るために、シリコーンを疎水基とする水溶性のポリエーテル変性シリコーン界面活性剤が

好ましい。疎水基が炭化水素の場合には、炭素数が12以上の炭化水素を有する界面活性剤が好ましく、更に好ましくは炭素数が16以上のものが良く、さらに、低温での安定性を向上させるには、クラフト点が常温以下、好ましくは0℃以下のものが良い。

本発明に用いられるシリコーンは水に不溶のものであり、具体的にはジメチルポリシロキサン系油、環状ジメチルポリシリキサン系油、メチルフェニルポリシロキサン系油、アミノ変性シリコーン油、エポキシ変性シリコーン油、エポキシ・ポリエーテル変性シリコーン油、カルボキシ変性シリコーン油、アルコール変性シリコーン油、アルキル変性シリコーン油、ポリエーテル変性シリコーン油、フッ素変性シリコーン油、高分子ジメチルシロキサン等である。但し、本発明に用いられるシリコーンはケイ素の数が12以上のシリコーンの1種または2種以上を少なくとも0.5重量%以上含有するシリコーン油である。

本発明者らが発見したところによると、安定なマイクロエマルションを得ることが困難であった重合度が5である環状ジメチルポリシリコサンに、粘度が100 c p s のジメチルポリシリコサンを1%添加すれば、安定なマイクロエマルションとすることができた。このようにケイ素の数が12以上のシリコーンを0.5重量%以上含有せず、安定なマイクロエマルションが得られないシリコーン油もケイ素の数が12以上のシリコーンを0.5%以上加えることにより、安定なマイクロエマルションとすることを見出した。

また本発明に用いられる水溶性のアルコール、多価アルコールおよび糖類の種類としては通常用いられるものでよく、具体的な例は、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、アタノール、プロピレンクリコール、1,3-ブチレンクリコール、1,4-ブチレンクリコール、グリセリン、ジエチレンクリコール、ジアロビレンクリコール、ポリプロビレンクリコール、テトラエチレンクリコール、ジクリセリン、ポリエチレン

リコール、ポリグリセリン、ソルビトール、マルチトール、マルトトリオース、マンニトール、マルトース、スクロース等が挙げられ、これらを一種または二種以上用いるものである。

本発明におけるマイクロエマルションは、界面活性剤を0.1~30%、シリコーンを0.1~60%、水を10~98%、一価アルコール、多価アルコールおよび、または糖類を1~90%含有しうる。また界面活性剤と油性成分の比率は、1:0.5~1:10であり、乳化粒子径は0.01~0.1 μmである。

かかるマイクロエマルションは、強力な剪断力を与え得る乳化機、例えば高圧ホモジナイザー、あるいは超音波乳化機等を用いて調製が可能であるが、乳化時において一価アルコール、多価アルコールおよび、または糖類:水の比率を1:5~19:1として乳化する。さらに0.05 μm以下の粒子を得る場合には、乳化時の一価アルコール、多価アルコールおよび、または糖類:水の比率を1:4~8:2として乳化する。これらマイ

クロエマルションは、必要に応じて、水で希釈するか、水性系の製品と混合して用いることができる。また高圧ホモジナイザーを用いるのがこのましいが、さらに0.05 μm以下の粒子を得る場合には、50℃以下の温度で300気圧以上の圧力下で乳化するのが良い。

本発明に係わるマイクロエマルションが応用される製品には、必要に応じ他の添加剤、例えば、香料、色素、緩衝剤、塩、美白剤、防腐剤、抗酸化香料、色剤その他粉末、薬剤、増粘剤、紫外線吸収剤、その他の油、界面活性剤、活性助剤等が適宜添加される。

[実施例]

次に本発明に係わるマイクロエマルションを、実施例をもって詳細に説明する。本発明はこれにより限定されるものではない。

[実施例1] 家具つやだし剤

(重量部)

1) ジメチルシリコーン(5000 c p s)

10.0	
2) 白灯油	20.0
3) 防腐剤	適量
4) オレイン酸アンモウム塩	3.0
5) 水	25.0
6) イソプロピルアルコール	5.0
7) 水	40.0

1)~3)を混合して70℃に加熱溶解する。これを4)~6)の混合液を70℃にて加熱溶解したものに攪拌しながら添加し、乳化する。この乳液を200気圧の圧力下、60℃において高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、これを7)の水を加え透明感のあるマイクロエマルションを得た。

得られたマイクロエマルションの油滴の平均粒子径を動的光散乱法で測定したところ0.08 μmであった。これは1年以上にわたって安定であり、全く分離しなかった。

〔実施例2〕 化粧水

(重量部)

1) シメチルシリコーン(20cps)

0.5	
2) イソプロピルミリストート	0.5
3) 防腐剤	適量
4) 香料	適量
5) HCO-60(日光ケミカルズ社)	1.5
6) 水	0.5
7) グリセリン	2.5
8) 水	89.59)
エタノール	5.0

1)～4)を混合して70℃に加熱溶解する。これを5)～7)の混合液を70℃にて加熱溶解したものに攪拌しながら添加し、乳化する。この乳液を500気圧の圧力下、30℃において高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、これに8)、9)のエタノール水溶液を加え透明なマイクロエマルションを得た。得られた化粧水の油滴の平均粒

子径を動的光散乱法で測定したところ0.02μmであった。この化粧水は非常に安定であり、また、さっぱりとした独特の使用感を与えるものである。

〔実施例3〕 毛髪透明リンス剤

(重量部)

1) 環状シメチルシリコーン(重合度5)

40.0	
2) 高分子シメチルシリコーン	2.0
3) 防腐剤	適量
4) 香料	適量
5) セチルトリメチルアンモニウムプロマイド	6.0
6) 水	30.0
7) グリセリン	28.0

1)～4)を混合して70℃に加熱溶解する。これを5)～7)の混合液を70℃にて加熱溶解したものに攪拌しながら添加し、乳化する。この乳液を500気圧の圧力下、30℃において高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、透明なマイクロエマルションを得た。

モジナイザーを用いて乳化し、マイクロエマルションを得た。得られたリンス剤の油滴の平均粒子径を動的光散乱法で測定したところ0.08μmであった。このリンス剤は非常に安定であり、また、これまでにない良好な使用感を与えるものである。

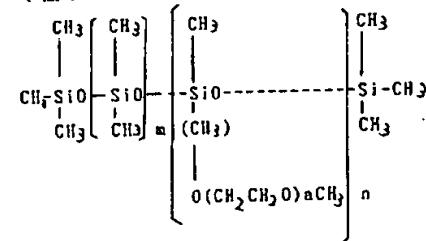
〔実施例4〕 シャンプー剤

(重量部)

1) シメチルシリコーン(100cps)

40.0	
2) ポリエーテル変性シリコーン活性剤 (注)	15.0
3) 水	15.0
4) プロピレングリコール	30.0

(注)



n=8, m=5, a=11

1)を50℃に加熱する。これを2)～4)の混合液を50℃にて加熱溶解したものに攪拌しながら添加し、乳化する。この乳液を800気圧の圧力下、30℃において高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、透明なマイクロエマルションを得た。

得られたマイクロエマルションの油滴の平均粒子径を動的光散乱法で測定したところ0.05μmであった。

このマイクロエマルション5部と以下に示すシャンプー基剤95部を混合しシャンプー剤を得た。

シャンプー基剤

1) ポリオキシエチレン(平均1.0)	
ラウリルサルフェートNa	8.0
2) ポリオキシエチレン(平均2.0)	
ラウリルサルフェートNa	5.0

3) ラウリルジメチルアミノ酢酸 ベタイン	1.5
4) ヤシ脂肪酸ジエタノール アマイド	4.0
5) 防腐剤	適量
6) 香料	適量
7) 色素	適量
8) 水	残余

安全性や機能的な側面でも実用性の高いものであるということができる。特に、本発明はその有する利点のために、ヘアートニック、ヘアーローション、アフターシェーブ、シャンパー、リンス、ローション、ボディローション、ヘアーオイル、エモリエントオイル、化粧水、エアゾール製品、消臭、脱臭剤、医薬用液剤、浴剤等の水系製品に使用することができる。

特許出願人 株式会社 資生堂

このシャンパー剤は1年以上にわたって安定であり、全く分離しなかった。又、マイクロエマルションを添加しない基剤と比較した使用テストを実施したところ、20名中20名がこのシャンパー剤の方が洗い上りがシットリし、櫛通しが良好であるという結果となった。

〔発明の効果〕

以上詳述したことく、本発明は親水性の界面活性剤とシリコーン油と一価アルコール、多価アルコールおよび、または糖類から少なくともなるマイクロエマルションに関するものであり、安定性、